

Air dan air limbah – Bagian 52: Cara uji kadar nitrogen organik secara makro kjeldahl dan titrasi



© BSN 2005

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup	1
2 Istilah dan definisi	1
3 Cara uji	1
4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu	4
5 Rekomendasi	5
Lampiran A Pelaporan	6
Bibliografi	7



Prakata

SNI ini merupakan hasil kaji ulang dan revisi dari SNI 06-2478-1991, *Metode pengujian kadar nitrogen dalam air dengan alat spektrofotometer secara makro Kjeldahl*. SNI ini menggunakan referensi dari metode standar internasional yaitu *Japan International Standard* (JIS). SNI ini telah melalui uji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi dan verifikasi metode serta dikonsensuskan oleh Subpanitia Teknis *Kualitas Air* dari Panitia Teknis 207S, Panitia Teknis *Sistem Manajemen Lingkungan* dengan para pihak terkait.

Standar ini telah disepakati dan disetujui dalam rapat konsensus dengan peserta rapat yang mewakili produsen, konsumen, ilmuwan, instansi teknis, pemerintah terkait dari pusat maupun daerah pada tanggal 3 – 4 November 2004 di Depok.

Dengan ditetapkannya SNI 06-6989.52-2005 ini, maka penerapan SNI 06-2478-1991 dinyatakan tidak berlaku lagi. Pemakai SNI agar dapat meneliti validasi SNI yang terkait dengan metode ini, sehingga dapat selalu menggunakan SNI edisi terakhir.



Air dan air limbah – Bagian 52: Cara uji kadar nitrogen organik secara makro kjeldahl dan titrasi

1 Ruang lingkup

Cara uji ini digunakan untuk menentukan kadar nitrogen organik dalam air dan air limbah sampai kadar 100 mg/L secara makro *Kjeldahl*, selanjutnya ammonia yang terbentuk dapat ditetapkan secara titrimetri.

2 Istilah dan Definisi

2.1

contoh uji

air atau air limbah untuk keperluan pemeriksaan kualitas air

2.2

larutan penitar

larutan baku sekunder yang telah diketahui konsentrasinya setelah distandarisasi dengan larutan baku primer yang akan digunakan untuk menitrasi contoh uji

2.3

baku primer

zat yang memiliki berat molekul besar dan kemurnian tinggi

2.4

larutan blanko

air suling yang diperlakukan sama dengan contoh uji

3 Cara uji

3.1 Prinsip

Senyawa nitrogen organik dengan H_2SO_4 dan katalis, diubah menjadi garam amonium, yang dengan penambahan basa kuat diubah menjadi amonia yang dibebaskan dan bereaksi dengan asam borat atau asam sulfat membentuk senyawaan amonium. Senyawaan amonium yang terbentuk dapat ditetapkan secara spektrofotometri, titrimetri atau secara elektrode ion selektif.

3.2 Bahan

3.2.1 Larutan destruksi

- larutkan 134 g K_2SO_4 dan 7,3 g CuSO_4 dengan 800 mL air suling di dalam gelas piala 1000 mL;
- tambahkan dengan hati-hati 134 mL H_2SO_4 pekat, dinginkan pada suhu ruangan;
- kemudian tambahkan air suling sampai tepat tanda tera dan dihomogenkan. Simpan pada suhu mendekati 20°C untuk mencegah kristalisasi.

3.2.2 Larutan natrium hidroksida-natrium tiosulfat

- larutkan secara hati-hati 500 g NaOH dan 25 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dengan 800 mL air suling, di dalam gelas piala 1000 mL yang diletakkan dalam penangas es.
- kemudian tambahkan air suling sampai tepat tanda tera dan dihomogenkan.

3.2.3 Larutan NaOH 0,1 N

- larutkan secara hati-hati 4 g NaOH dengan 800 mL air suling, di dalam gelas piala 1000 mL yang diletakkan dalam penangas es;
- kemudian tambahkan air suling sampai tepat tanda tera dan dihomogenkan.

3.2.4 Larutan bufer borat

- larutkan 2,5 g $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ atau 4,75 g $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ke dalam gelas piala yang berisi 500 mL air suling;
- tambahkan ke dalam larutan tersebut 88 mL larutan NaOH 0,1N kemudian dihomogenkan.

3.2.5 Larutan NaOH 6N

- larutkan secara hati-hati 240 g NaOH dengan 800 mL air suling, di dalam gelas piala 1000 mL yang diletakkan dalam penangas es;
- kemudian tambahkan air suling sampai tepat tanda tera dan dihomogenkan.

3.2.6 Larutan asam borat

- larutkan 2 g H_3BO_3 dengan air suling, di dalam gelas piala 1000 mL;
- kemudian tambahkan air suling sampai tepat tanda tera homogenkan.

3.2.7 Larutan indikator metil orange (MO)

Larutkan 500 mg serbuk metil orange (*methyl orange*) dalam 1000 mL air suling kemudian dihomogenkan.

3.2.8 Larutan H_2SO_4 1 N

Ukur 28 mL H_2SO_4 pekat dan masukkan secara hati-hati ke dalam gelas piala 1000 mL yang berisi 200 mL air suling, aduk pelan-pelan. Setelah dingin encerkan dengan air suling hingga tepat tanda tera kemudian dihomogenkan.

3.2.9 Larutan penitar H_2SO_4 0,02 N

- pipet 20 mL larutan H_2SO_4 1 N dan masukkan ke dalam labu ukur 1000 mL yang berisi 200 mL air suling;
- encerkan dengan air suling hingga tepat tanda tera kemudian dihomogenkan;
- tentukan normalitas larutan ini dengan larutan Na_2CO_3 0,05 N menggunakan indikator metil orange.

3.2.10 Larutan baku primer Na_2CO_3 0,05 N

Timbang teliti 2,5000 g Na_2CO_3 yang telah dipanaskan pada suhu 250°C selama 4 jam. Masukkan ke dalam labu ukur 1000 mL, tambahkan air suling sampai tepat tanda tera kemudian dihomogenkan.

3.2.11 Air suling

3.3 Peralatan

- labu *Kjeldahl*;
- alat pemanas;
- peralatan destilasi;
- peralatan gelas;
- pH meter;
- timbangan analitik; dan
- oven.

3.4 Pengawetan contoh uji

Bila contoh uji tidak dapat segera dianalisis, maka contoh uji diawetkan dengan menambahkan H_2SO_4 pekat sampai pH kurang dari 2 dan didinginkan dengan waktu penyimpanan maksimal 7 hari.

3.5 Persiapan pengujian

3.5.1 Pemilihan volume contoh uji

- ukur volume contoh uji sesuai dengan perkiraan kadar nitrogen organik;
- masukkan contoh uji ke dalam labu *Kjeldahl* 800 mL. Bila diperlukan encerkan contoh uji menjadi 500 mL dan netralkan pHnya.

CATATAN Perkiraan N organik dalam contoh uji

Tabel 1 Perkiraan jumlah contoh uji berdasarkan perkiraan kadar N-organik dalam contoh uji

Perkiraan kadar N-organik dalam contoh uji (mg/L)	jumlah contoh uji (mL)
0 – 1	500
2 – 10	250
11 – 20	100
21 – 50	50
51 – 100	25

3.5.2 Penghilangan amonia

Ke dalam 500 mL contoh uji, tambahkan 25 mL larutan bufer borat dan larutan NaOH 6N sampai pH 9,5. Tambahkan beberapa batu didih, kemudian didihkan sehingga larutan berkurang sekitar 300 mL.

CATATAN Apabila diperlukan analisis amonia, lakukan destilasi, destilat yang diperoleh digunakan untuk menentukan kadar amonianya.

3.5.3 Destruksi

- ke dalam hasil pengerjaan langkah 4.5.2 tambahkan dengan hati-hati 50 mL larutan destruksi;
- didihkan sampai volume contoh uji menjadi sekitar 25 mL – 50 mL;
- lanjutkan lagi destruksi selama 30 menit;
- biarkan sampai larutan dingin, encerkan dengan air menjadi 500 mL dan aduk;
- tambahkan dengan hati-hati 50 mL larutan natrium hidroksida-natrium tiosulfat, pH larutan harus lebih besar atau sama dengan 11;
- hubungkan labu dengan alat destilasi.

3.5.4 Destilasi

- destilasikan hasil pengerjaan pada langkah 4.5.3 dan destilatnya ditampung dalam labu erlenmeyer yang berisi 50 mL larutan asam borat. Ujung kondensor harus tercelup dalam larutan dan dijaga agar suhu kondensor tidak lebih dari 29°C;
- destilasi dilanjutkan sampai destilat mencapai 200 mL kemudian diencerkan menjadi 300 mL dan selanjutnya ditetapkan amoniaknya secara titrimetri.

3.6 Penetapan kadar amonia

- titrasi destilat hasil pengerjaan pada langkah 4.5.4 dengan larutan penitar H_2SO_4 0,02 N menggunakan indikator metil orange (MO) sehingga terjadi perubahan warna dari kuning kemerahan menjadi merah jingga;
- catat volume larutan penitar asam sulfat yang digunakan;
- lakukan langkah 4.6.a) sampai b) untuk larutan blanko.

3.7 Perhitungan

3.7.1 Kadar amonia

$$\text{Kadar amonia dalam destilat (C)} = \frac{(A - B) \times N \times 14 \times 1000}{V}$$

dengan pengertian:

- C adalah kadar amonia dalam destilat (mg-N/L);
 A adalah volume penitar H_2SO_4 untuk destilat (mL);
 B adalah volume penitar H_2SO_4 untuk blanko (mL);
 N adalah normalitas larutan penitar H_2SO_4 ;
 V adalah volume destilat yang dititrasi (mL).

3.7.2 Kadar N-Organik

$$\text{Kadar N-Organik dalam contoh uji (mg/L)} = \frac{V_d \times C \times f_p}{V_c}$$

dengan pengertian:

- V_d adalah volume destilat hasil pengerjaan langkah 4.5.4 (300 mL);
 C adalah kadar amonia dalam destilat (mg-N/L);
 V_c adalah volume contoh yang diperiksa (500 mL);
 f_p adalah faktor pengenceran.

4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu

4.1 Jaminan mutu

- Gunakan bahan kimia *pro analysis* (p.a).
- Gunakan alat gelas bebas kontaminan.
- Gunakan alat ukur yang terkalibrasi.
- Lakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu penyimpanan maksimum.
- Dikerjakan oleh analis yang kompeten.

4.2 Pengendalian mutu

- a) Lakukan analisis blanko untuk kontrol kontaminasi.
- b) Lakukan analisis duplo untuk kontrol ketelitian analisis.
- c) Jika perbedaan persen relatif hasil pengukuran lebih besar atau sama dengan 5% maka dilakukan pengukuran ketiga.

5 Rekomendasi

Kontrol akurasi

Lakukan salah satu atau lebih dari cara berikut:

- a) Analisis CRM
Lakukan analisis *Certified Reference Material* (CRM) untuk kontrol akurasi.
- b) Analisis *blind sample*.
Kisaran persen temu balik adalah 85% sampai dengan 115% atau sesuai dengan kriteria dalam sertifikat CRM.
- c) Untuk kontrol gangguan matrik lakukan analisis spike matrik. Kisaran persen temu balik adalah 85% sampai dengan 115%.
- d) Buat *control chart* untuk akurasi analisis.



Lampiran A
(normatif)
Pelaporan

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut:

- 1) Parameter yang dianalisis.
- 2) Nama analis.
- 3) Tanggal analisis.
- 4) Nomor contoh uji.
- 5) Tanggal penerimaan contoh uji.
- 6) Batas deteksi.
- 7) Hasil pengukuran persen spike matrik dan CRM atau *blind sample* (bila dilakukan).
- 8) Kadar analit contoh uji.



Bibliografi

Standard Methods for the Examination of Water and wastewater, 4500- N org B - Macro – Kjeldahl Methods, 20th edition (1998), American Public Health Association, American Water Works Association, Water Pollution Control Federation, Washington, D.C.













BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id